



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 : 10-2003-0058941
Application Number

출원 년 월 일 : 2003년 08월 26일
Date of Application AUG 26, 2003

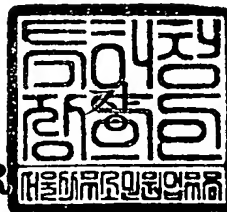
출원인 : 한국과학기술연구원
Applicant(s) KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY



2003 년 09 월 24 일

특 허 청

COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2003.08.26
【국제특허분류】	C22C29/10
【발명의 명칭】	균일한 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법
【발명의 영문명칭】	Fabrication method for ultrafine cermet alloys with a homogeneous solid solution grain structure
【출원인】	
【명칭】	한국과학기술연구원
【출원인코드】	3-1998-007751-8
【대리인】	
【성명】	이종일
【대리인코드】	9-1998-000471-4
【포괄위임등록번호】	1999-016276-5
【발명자】	
【성명의 국문표기】	심재혁
【성명의 영문표기】	SHIM, Jae Hyeok
【주민등록번호】	710318-1042512
【우편번호】	143-751
【주소】	서울특별시 광진구 광장동 극동아파트 12동 1403호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	박종구
【성명의 영문표기】	PARK, Jong Ku
【주민등록번호】	580124-1676810
【우편번호】	472-120
【주소】	경기도 남양주시 호평동 라인그린아파트 104동 1501호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	조영환
【성명의 영문표기】	CHO, Young Whan

【주민등록번호】 611115-1067025
【우편번호】 139-739
【주소】 서울특별시 노원구 공릉2동 효성화운트빌아파트 301동 301호
【국적】 KR
【심사청구】 청구
【취지】 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인 이종일 (인)
【수수료】
【기본출원료】 19 면 29,000 원
【가산출원료】 0 면 0 원
【우선권주장료】 0 건 0 원
【심사청구료】 10 항 429,000 원
【합계】 458,000 원
【감면사유】 정부출연연구기관
【감면후 수수료】 229,000 원

【요약서】**【요약】**

본 발명은 초미세 결정립 서메트 제조방법에 관한 것으로서, 특히 탄화물 결정립 내부에 코어-립 구조가 없는 균일한 고용체 형태의 매우 미세한 복합탄화물 결정립을 갖는 TiC계 서메트를 제조하는 방법에 관한 것이다.

본 발명의 목적은 코어-립 구조를 갖지않으며, 성분면에서 균일한 미세조직을 가지고 서브마이크론 크기의 결정립을 갖는 TiC계 서메트의 제조 방법을 제공하는 것이다. 이러한 본 발명의 목적은 기계화학적 합성법(고에너지 볼밀링)에 의해 얻어진 Ti-TM(TM=전이금속) 복합탄화물과 Ni-Co 금속상이 공존하는 나노복합분말, (Ti,TM)C-(Co,Ni)을 일반적인 방법으로 소결함으로써 달성될 수 있다.

【대표도】

도 2

【색인어】

서메트, 코어-립, 고용체, 고에너지 볼밀링, 나노복합분말, TiC

【명세서】**【발명의 명칭】**

균일한 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법 {Fabrication method for ultrafine cermet alloys with a homogeneous solid solution grain structure}

【도면의 간단한 설명】

도 1은 고에너지 불밀링시 밀링시간에 따른 반응용기 표면의 온도변화를 나타내는 그래프이다.

도 2는 TiC-20중량%Ni 분말의 고에너지 불밀링시 밀링시간에 따른 X-선 회절패턴의 변화를 나타내는 그래프이다.

도 3은 20시간동안 고에너지 불밀링한 TiC-20중량%Mo₂C-20중량%Ni 분말의 주사전자현미경 사진이다.

도 4는 본 발명에 따라 제조된 (Ti,Mo)C-Ni 서메트의 미세조직을 나타내는 주사전자현미경 사진이다.

도 5는 본 발명에 따라 제조된 (Ti,Mo)C-Ni 서메트의 미세조직을 나타내는 투과전자현미경 사진이다.

도 6은 TiC-20중량%WC-8중량%Ni-7중량%Co 분말의 5시간 고에너지 불밀링시 X-선 회절패턴을 나타내는 그래프이다.

도 7은 본 발명에 따라 제조된 (Ti,W)C-(Ni,Co) 서메트의 미세조직을 나타내는 주사전자현미경 사진이다.

도 8은 종래의 방법에 따라 제조된 TiC-TiN-Mo₂C-Ni 서메트의 미세조직을 나타내는 주사 전자현미경 사진이다.

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <9> 본 발명은 초미세 결정립 서메트(cermet) 제조방법에 관한 것으로서, 특히 탄화물 결정립 내부에 코어-립(core-rim) 구조가 없는 균일한 고용체 형태의 매우 미세한 복합탄화물 결정립을 갖는 탄화티타늄(TiC)계 서메트를 제조하는 방법에 관한 것이다.
- <10> 일반적으로 TiC계 서메트는 그 미세조직이 가지는 높은 경도와 높은 내마모성 특성으로 인하여 강과 주철 등의 마무리 가공에 필요한 절삭공구재료로 널리 사용되고 있다.
- <11> TiC계 서메트 소결체는 탄화물 결정립 내부에 TiC 또는 TiCN을 주성분으로 하는 영역(코어(core)) 및 상기 코어를 둘러싸고 있는 (Ti,TM)C 또는 (Ti,TM)(C,N)의 복합 탄화물 성분의 영역(립(rim))으로 구분되는 코어-립이라는 독특한 이중구조의 미세조직을 가지는 것으로 잘 알려져 있다(도 8 참조; Hans-Olof Andrén, "Microstructures of cemented carbides," Materials and Design, 22, 491-498(2002)). 또한 상기 코어-립 구조는 액상소결 과정에서 전이 금속(TM) 성분이 액상

Ni에 용해되었다가 TiC 또는 TiCN 입자 주위에 복합 탄화물의 형태로 TiC 또는 TiCN 입자 주위에 재석출하는 결정립 성장과정의 결과로 형성되거나(T. Yamamoto, A. Jaroenworarluck, Y. Ikuhara and T. Sakuma, "Nanoprobe analysis of core-rim structure of carbides in TiC-20 wt% Mo₂C-20 wt% Ni cermet," Journal of Materials Research, 14, (1999) 4129-4131) 또는 열역학적으로 안정한 평형구조가 아니고 속도론적인 이유 때문에 형성된다고 알려져 있다(J.-H. Shim, C.-S. Oh and D.N. Lee, "A thermodynamic evaluation of the Ti-Mo-C system," Metallurgical and Materials Transactions B, 27B, (1996) 955-996).

<12> 상기한 코어-립 구조를 갖는 TiC계 서메트는 조성이 허용하는 균일한 복합 탄화물의 물성을 나타내는 것이 아니라 이중구조의 탄화물 결정립으로부터 유래하는 물성을 나타내며, 소결체의 물성이 저하될 수 있다는 단점을 가지고 있다. 따라서, 성분면에서 균일한 미세조직을 갖는 서메트는 기존 서메트와는 다른 물성을 나타낼 가능성을 갖고 있다. 그러나, 아직까지 속도론적으로 결정되는 한계를 극복하고 코어-립 구조를 갖지않는 TiC계 서메트 제조 방법에 대해서는 보고되지 않았다.

<13> 한편, 최근 절삭공구재료 개발에 있어서, 큰 흐름중의 하나는 탄화물 결정입자의 크기를 수 마이크로미터(micrometer(μ m))에서 마이크로미터 이하(submicrometer)의 크기로 만들어 경도와 인성을 크게 향상시키는 것인데, 현재까지 알려진 서브마이크론 결정립 절삭공구재료의 제조방법은 기상법이나 액상법으로 제조된 100 나노미터(nanometer(nm)) 이하의 크기를 갖는 탄화물 분말을 소결하는 것이다. 그러나, 기상법이나 액상법은 탄화물 나노분말의 대량 제조에 부적당할 뿐만 아니라 이러한 방법에 의해 얻어진 나노분말은 대기중에 노출될 경우 쉽게 산화되는 문제를 갖고 있다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

- <14> 이와 같은 문제점을 해결하기 위하여 안출된 본 발명은, 코어-립 구조를 갖지않는 TiC계 서메트 제조 방법을 제공하는데 목적이 있다.
- <15> 본 발명의 다른 목적은 성분면에서 균일한 미세조직을 가지고 서브마이크론의 결정립 크기를 갖는 고경도의 TiC계 서메트 제조 방법을 제공하는 것이다.
- <16> 이러한 본 발명의 목적은 기계화학적 합성법(고에너지 볼밀링)에 의해 얻어진 Ti-TM 복합탄화물과 Ni-Co 금속상이 공존하는 나노복합분말, (Ti,TM)C-(Co,Ni)을 일반적인 방법(진공소결)으로 소결함으로써 달성될 수 있다.

【발명의 구성 및 작용】

- <17> 본 발명에 따른 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법은 티타늄(Ti) 분말, 전이금속(TM) 분말, 탄소(C) 분말, 니켈(Ni) 분말 및 코발트(Co) 분말을 혼합하여 TiC 50~90 중량%, TM_xC_y (x와 y는 정수) 5~30 중량%, 니켈(Ni) 또는 코발트(Co) 또는 니켈(Ni)과 코발트(Co)의 혼합물 5~30 중량%로 이루어진 혼합분말을 생성하는 단계와; 상기 혼합 분말을 소정 직경의 볼과 함께 반응용기에 투입한후 고에너지 볼밀링을 수행하여 나노복합분말, (Ti,TM)C-(Ni,Co)을 생성하는 단계와; 상기 생성된 나노복합분말을 성형 및 소결하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <18> 상기 티타늄(Ti) 분말, 전이금속(TM) 분말, 탄소(C) 분말, 니켈(Ni) 분말 및 코발트(Co) 분말은 순도 95% 이상이고, 입자크기가 1mm 이하이며, 상기 전이금속(TM) 분말은 몰리브덴(Mo), 텅스텐(W), 니오븀(Nb), 바나듐(V), 크롬(Cr)으로 구성된 군으로부터의 1종이상의 금속을 포함한다.

- <19> 상기 반응용기와 불의 재질은 공구강, 스테인레스강, 초경합금, 질화규소, 알루미나 또는 지르코니아 중의 어느 하나이다.
- <20> 상기 불의 직경은 5~30mm이고, 상기 반응용기에 투입되는 혼합분말과 불의 비율이 중량비로 1:1~1:100 범위이다.
- <21> 상기 고에너지 불밀링을 수행하는 동안 비접촉식 적외선 온도계를 이용하여 반응용기 표면의 온도를 측정하는 단계를 더 포함하는데, 상기 반응용기 표면의 급격한 온도 상승이 측정되면 그 시점으로부터 1~20시간 동안 고에너지 불밀링을 지속한다.
- <22> 상기 고에너지 불밀링은 상기 반응용기에 아르곤(Ar) 가스를 충전한후 셰이커밀, 진동밀, 유성밀 또는 어트리터밀을 이용하여 수행된다. 또한, 상기 소결은 10^{-2} torr 이하의 진공 또는 아르곤 분위기에서 1300~1500℃의 온도로 1~4시간 동안 수행된다.
- <23> 이와 같은 본 발명에 따른 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법을 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.
- <24> 우선, 순도 95% 이상/입자 크기 1mm 이하의 티타늄(Ti) 분말, 순도 95% 이상/입자크기 1mm 이하의 몰리브데늄(Mo), 텅스텐(W), 니오븀(Nb), 바나듐(V), 크롬(Cr)과 같은 전이금속(TM) 분말, 순도 95% 이상/ 입자크기 1mm 이하의 탄소(C) 분말, 순도 95% 이상/입자크기 1mm 이하의 니켈(Ni) 분말 및 순도 95% 이상/입자크기 1mm 이하의 코발트(Co) 분말을 TiC가 50~90 중량%, TM_xC_y (x, y는 정수)이 5~30 중량%, 니켈(Ni) 또는 코발트(Co) 또는 니켈(Ni)과 코발트(Co)의 혼합물이 5~30 중량%가 되도록 혼합한다. 여기서, x와 y는 전이금속(TM)의 종류에 따라 결정되며, 전이금속(TM)의 탄화물(TM_xC_y)은 한 종류 이상일 수 있다.

- <25> 다음에, 상기 혼합분말을 직경 5~30mm의 볼과 함께 반응용기(jar)에 투입한다. 이때, 상기 반응용기에 투입되는 혼합분말과 볼의 비율은 중량비로 1:1~1:100 범위이다. 여기서, 혼합분말과 볼의 중량비를 1:1~1:100으로 한정하는 이유는 혼합분말과 볼의 중량비를 1:1 이하로 할 경우에는 볼과 용기의 마모에 의해 혼입되는 불순물의 양이 필요 이상으로 증가하기 때문이다. 상기 반응용기와 볼은 공구강, 스테인레스강, 초경합금, 질화규소, 알루미나 또는 지르코니아중 어느 하나의 재질로 이루어진다.
- <26> 다음에, 상기 용기내에 아르곤(Ar) 가스를 충전한후 셰이커밀(shaker mill), 진동밀(vibratory mill), 유성밀(planetary mill) 또는 어트리터밀(attritor mill)을 이용하여 고에너지 볼밀링을 행한다. 여기서, 반응용기에 아르곤(Ar)을 충전하는 이유는 밀링중 공기중의 산소에 의한 분말의 산화를 막기 위함이다. 고에너지 볼밀링에 사용되는 볼은 모두 같은 크기의 것일 수도 있고, 2가지 이상의 크기를 갖는 볼을 함께 사용할 수도 있다.
- <27> 고에너지 볼밀링을 수행하는 동안, 용기내에서 일어나는 반응을 간접적으로 관찰하기 위하여 비접촉식 적외선 온도계를 이용하여 반응용기 표면의 온도를 측정 및 기록한다.
- <28> 밀링공정동안 도 1에 나타낸 것과 같은 용기표면 온도의 급격한 상승을 관찰할 수 있다. 이러한 용기표면의 급격한 온도상승은 반응용기내에서 밀링중 원소분말들이 반응하여 (Ti,TM)C가 형성될때 방출되는 열에 의한 것이며, 이후 온도가 완만하게 감소하는 것은 반응이 완료된 후 열이 용기 외부로 서서히 빠져나가기 때문이다. 급격한 온도 상승은 투입한 혼합분말과 볼의 중량비에 영향을 받지만 대체로 밀링시작후 1~2시간 사이에 관찰된다. 발열반응이 종료된 후 고에너지 볼밀링을 1~20시간 동안 지속한다. 밀링을 지속하는 이유는 형성된 (Ti,TM)C의 결정립 크기를 약 10nm까지 낮추기 위한 목적이다.

- <29> 다음에, 고에너지 볼밀링으로 합성한 분말을 회수하여 성형하고, 성형체를 10^{-2} torr 이하의 진공 또는 아르곤 분위기에서 소결한다. 이때, 소결온도는 $1300 \sim 1500^{\circ}\text{C}$, 소결시간은 1~4 시간으로 하였다.
- <30> 이하 실시예를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다.
- <31> 실시예1
- <32> 순도 99.7% / 입자크기 $45\mu\text{m}$ 의 티타늄(Ti) 분말, 순도 99.7% 이상 / 입자크기 $5\mu\text{m}$ 의 몰리브데늄(Mo) 분말, 순도 99% 이상 / 입자크기 $5\mu\text{m}$ 의 탄소(C) 분말, 순도 99.7% 이상 / 입자크기 $6\mu\text{m}$ 의 니켈(Ni) 분말을 최종 조성이 TiC 60중량%, Mo_2C 20중량%, 니켈(Ni) 20중량%가 되도록 혼합하였다. 혼합분말을 공구강재 반응용기에 공구강재 직경 9.5 mm 볼과 10:1의 중량비로 함께 투입하고 아르곤 가스를 반응용기에 충전한후 웨이커밀을 이용하여 고에너지 볼밀링을 20 시간동안 행하였다. 반응용기 표면의 온도를 비접촉식 적외선 온도계를 이용하여 측정 및 기록하였다. 도 1에 도시된 바와 같이 밀링이 100분 정도 경과하였을 때, 반응용기의 표면온도가 급격히 상승하였다. 밀링한 분말을 회수하여 이를 20 MPa의 압력으로 성형하고, 성형체를 10^{-5} torr의 진공분위기, 1400°C 에서 1시간동안 소결하였다.
- <33> 도 2는 고에너지 볼밀링 시간에 따른 분말의 X-선 회절 패턴 변화를 나타낸다. 밀링전의 티타늄(Ti), 몰리브데늄(Mo), 탄소(C) 및 니켈(Ni) 원소분말은 5시간 밀링수행후 (Ti,Mo)C와 니켈(Ni)의 혼합상으로 변화하였다. 밀링을 지속한 경우에도 더 이상의 상변화는 나타나지 않았으며, 회절곡선(peak)의 높이가 감소하고 폭이 증가하였다. 이것은 밀링중 먼저 (Ti,Mo)C 상이

형성되고, 계속되는 밀링의 기계적 에너지에 의해 결정립이 분쇄되어 결정립의 크기가 감소함을 의미한다. 20시간 밀링후 X-선 회절패턴으로부터 계산된 (Ti,Mo)C 결정립 크기는 약 10 nm 이다.

<34> 도 3은 20시간 밀링으로 제조한 분말의 주사전자현미경 사진이다. 분말 형상은 불규칙하고 약 1 μ m 크기를 갖는 입자들이 응집된 형태를 취하고 있다.

<35> 도 4는 제조한 분말을 소결하여 얻은 TiC계 서메트의 주사전자현미경 미세조직 사진이다. 사진에서 약간 각진 둥근 회색 입자는 (Ti,Mo)C 결정립이며 밝은 부분은 Ni 기지 (Ni-rich 고용체)이다. 도 8과 같은 기존 방법으로 제조한 TiCN계 서메트의 미세조직과는 대조적으로 본 발명에 따른 서메트에서는 탄화물 입자 내부에 코어-립 구조가 나타나지 않았으며, 탄화물 입자의 크기도 매우 미세하였다. 화상분석을 통해 측정된 탄화물 입자의 평균크기는 약 0.5 μ m로, 종래 서메트의 탄화물 입자크기인 2~5 μ m에 비하여 매우 미세함을 알 수 있다.

<36> 본 발명에 따른 서메트의 경도는 약 92HRA이었으며, 이와 같이 높은 경도값은 탄화물의 미세한 크기에 기인한 것으로 판단된다. 또한 본 발명에 따라 제조된 서메트가 코어-립 구조를 갖지않은 이유는 고에너지 볼밀링 과정에서 형성되는 상이 TiC와 Mo₂C가 혼합된 복합상이 아니라 열역학적으로 안정한 고용체인 (Ti, Mo)C가 형성되어 코어-립을 형성할 수 있는 불균일성이 분말내에 존재하지 않았기 때문이다.

<37> 도 5는 본 발명에 따라 제조된 TiC계 서메트의 투과전자현미경 미세조직 사진이다. 서브마이크론의 미세한 탄화물 입자가 관찰되며, 탄화물 입자 내부에는 조직상의 불균일성이 존재하지않음을 알 수 있다. 투과전자현미경에 장착된 X-선 분광기로 분석한 탄화물 중심부와 주변부의 화학조성을 나타낸 하기의 표 1에서 Ti과 Mo의 농도가 탄화물 입자 전체에 걸쳐 일정함을 알 수 있다.

<38> 【표 1】

결정립내 위치		조성 (중량%)					
		본 발명		기존 발명*			
본 발명	기존 발명	Ti	Mo	Ti	W	Mo	Ni
중앙부	코어 상	67.1	32.9	92.8	4.7	0.4	2.3
(경계부)**	중간 상	-	-	43.4	41.7	11.3	3.5
외곽부	외부 상	68.0	32.0	32.0	20.2	7.5	3.2

* TiC(TiCN)-WC-Mo-Co-Ni의 경우

** 본 발명에서는 중앙부와 외곽부 사이에 조성상의 경계가 없으므로 경계부가 정의되지 않음

<39> 실시예2

<40> 순도 99.7% / 입자크기 45 μ m의 티타늄(Ti) 분말, 순도 99.9% 이상 / 입자크기 1 μ m의 텅스텐(W) 분말, 순도 99% 이상 / 입자크기 5 μ m의 탄소(C) 분말, 순도 99.7% 이상 / 입자크기 6 μ m의 니켈(Ni) 분말, 순도 99.8% 이상 / 입자크기 10 μ m의 코발트(Co) 분말을 최종 조성이 TiC 65중량%, WC 20중량%, Ni 8중량%, Co 7중량%가 되도록 혼합하였다. 혼합분말을 공구강재 반응용기에 초경재 직경 8 mm 볼과 23:1의 중량비로 함께 투입하고 아르곤 가스를 반응용기에 충전한후 유성밀을 이용하여 고에너지 볼밀링을 5시간동안 행하였다. 반응용기 표면의 온도를 비접촉식 적외선 온도계를 이용하여 측정 및 기록하였다. 밀링한 분말을 회수하여 이를 20 MPa의 압력으로 성형하고, 성형체를 10⁻⁵torr의 진공분위기, 1400℃에서 1시간동안 소결하였다.

<41> 도 6은 5시간 고에너지 볼밀링후 분말의 X-선 회절 패턴을 나타낸다. 밀링전 티타늄(Ti), 텅스텐(W), 탄소(C), 니켈(Ni) 및 코발트(Co) 원소분말의 혼합분말이었는데 5시간 밀링 후에는 (Ti,W)C의 복합탄화물을 형성하였으며, 니켈(Ni)과 코발트(Co)는 서로 고용체를 이루고 있는 것으로 판단된다. X-선 회절 패턴으로부터 계산된 (Ti,W)C 결정립 크기는 약 10 nm이다.

<42> 도 7은 제조한 분말을 소결하여 얻은 (Ti,W)C계 서메트의 주사전자현미경 미세조직 사진이다. 사진에서 약간 각진 둥근 회색 입자는 (Ti,W)C의 결정립이며 밝은 부분은 Ni-Co 기지 (Ni-Co 고용체)이다. 본 발명에 따른 서메트에서는 탄화물 입자 내부에 코어-립 구조가 나타나지 않았으며, 탄화물 입자의 크기도 매우 미세하였다. 화상분석을 통해 측정된 탄화물 입자의 평균크기는 약 $0.6\mu\text{m}$ 로, 종래 서메트의 탄화물 입자크기인 $2\sim 5\mu\text{m}$ 에 비하여 매우 미세함을 알 수 있다. 본 발명에 따른 서메트의 경도는 약 92HRA이었으며, 이와 같이 높은 경도값은 탄화물의 미세한 크기에 기인한 것으로 판단된다.

【발명의 효과】

<43> 본 발명에 따르면, 티타늄(Ti), 전이금속(TM), 탄소(C), 니켈(Ni) 및 코발트(Co)의 원소 분말을 원료로 하고, 고에너지 볼밀링에 의해 얻어지는 10nm 내외의 결정립 크기를 갖는 나노 복합분말, (Ti,TM)C-(Ni,Co)을 소결함으로써 코어-립 구조가 없고 서브마이크론의 결정립 크기를 갖는 균일한 고용체 복합탄화물 결정립의 서메트 합금 제조를 가능케한다. 이는 기존의 방법으로는 제조하기 어려운 높은 경도를 갖는 새로운 미세조직의 서메트 합금을 비교적 단순한 공정으로 제조할 수 있게 한다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

티타늄(Ti) 분말, 전이금속(TM) 분말, 탄소(C) 분말, 니켈(Ni) 분말 및 코발트(Co) 분말을 혼합하여 TiC 50~90 중량%, TM_xC_y (x와 y는 정수) 5~30 중량%, 니켈(Ni) 또는 코발트(Co) 또는 니켈(Ni)과 코발트(Co)의 혼합물 5~30 중량%로 이루어진 혼합분말을 생성하는 단계와;

상기 혼합 분말을 소정 직경의 볼과 함께 반응용기에 투입한후 고에너지 볼밀링을 수행하여 나노복합분말, (Ti,TM)C-(Ni,Co)을 생성하는 단계와;

상기 생성된 나노복합분말을 성형 및 소결하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 2】

청구항1에 있어서, 상기 티타늄(Ti) 분말, 전이금속(TM) 분말, 탄소(C) 분말, 니켈(Ni) 분말 및 코발트(Co) 분말은 순도 95% 이상이고, 입자크기가 1 μ m 이하인 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 3】

청구항1에 있어서, 상기 반응용기와 볼의 재질은 공구강, 스테인레스강, 초경합금, 질화규소, 알루미나 또는 지르코니아 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 4】

청구항1에 있어서, 상기 전이금속(TM) 분말은 몰리브데늄(Mo), 텅스텐(W), 니오븀(Nb), 바나듐(V), 크롬(Cr)으로 구성된 군으로부터의 1종이상의 금속을 포함하는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 5】

청구항1에 있어서, 상기 볼의 직경은 5~30mm이고, 상기 반응용기에 투입되는 혼합분말과 볼의 비율이 중량비로 1:1~1:100 범위인 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 6】

청구항1에 있어서, 상기 고에너지 볼밀링을 수행하는 동안 비접촉식 적외선 온도계를 이용하여 반응용기 표면의 온도를 측정하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 7】

청구항6에 있어서, 상기 반응용기 표면의 급격한 온도 상승이 측정되면 그 시점으로부터 1~20시간 동안 고에너지 볼밀링을 지속하는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 8】

청구항1, 청구항6 또는 청구항7중 어느 한항에 있어서, 상기 고에너지 볼밀링은 셰이커 밀, 진동밀, 유성밀 또는 어트리터밀을 이용하여 수행되는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 9】

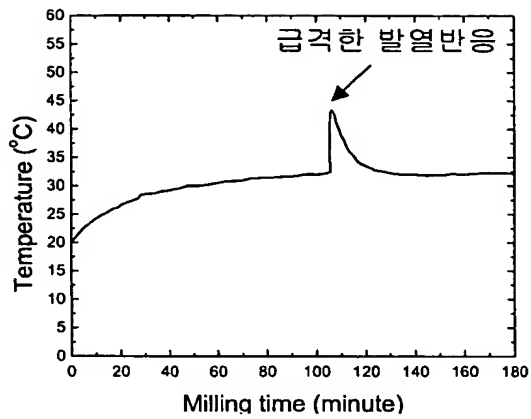
청구항1, 청구항6 또는 청구항7중 어느 한항에 있어서, 상기 반응용기에 아르곤 가스를 충전한후 고에너지 불밀링을 수행하는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【청구항 10】

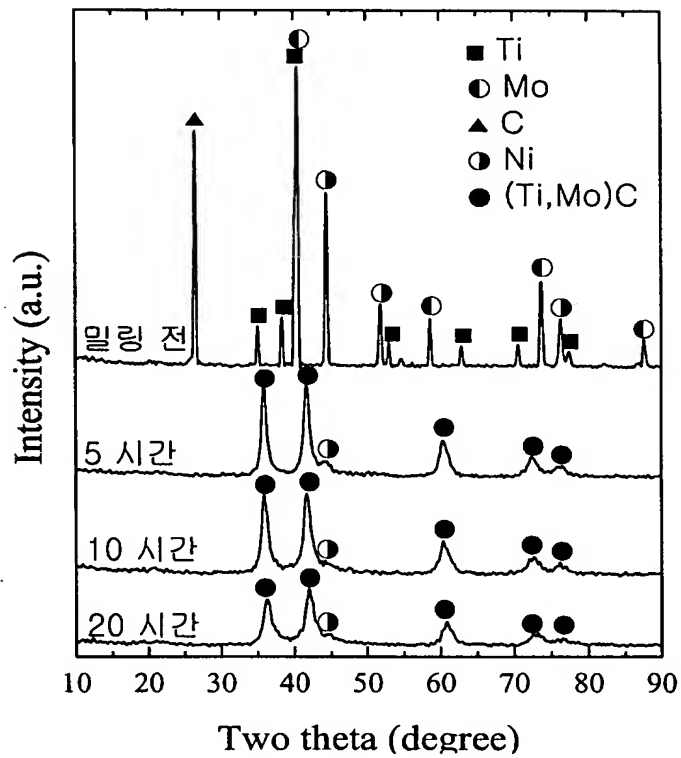
청구항1에 있어서, 상기 소결은 성형체를 10^{-2} torr 이하의 진공 또는 아르곤 분위기에서 $1300\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 의 온도로 1~4시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 균일 고용체 입자구조를 갖는 초미세 결정립 서메트 제조 방법.

【도면】

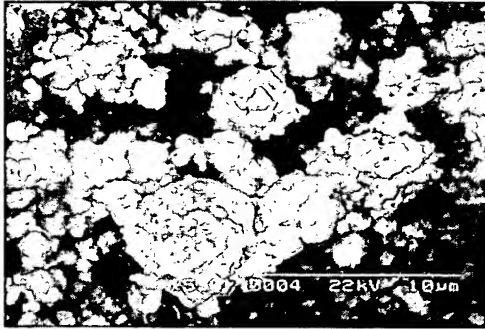
【도 1】



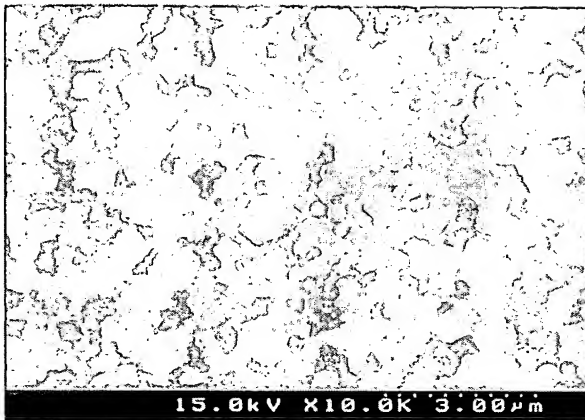
【도 2】



【도 3】



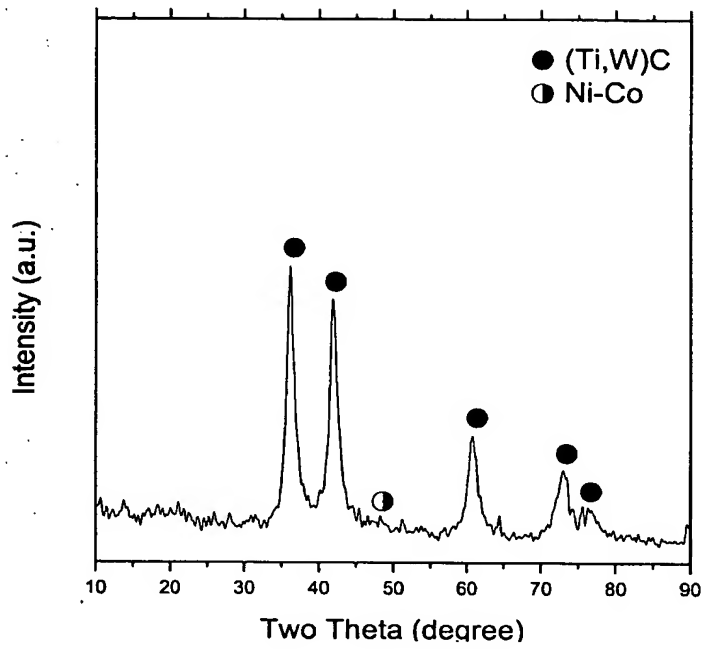
【도 4】



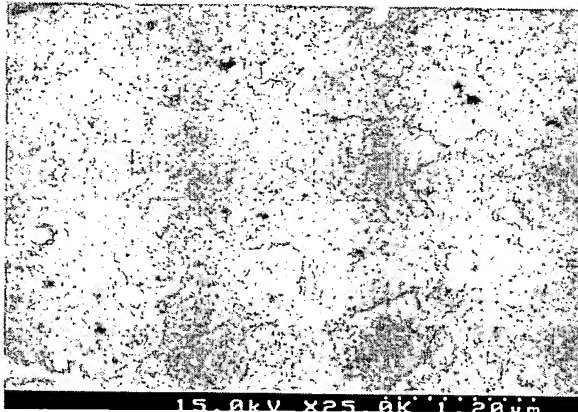
【도 5】



【도 6】



【도 7】



【도 8】

